

(11)特許出願公開番号

特開平6-183874

(43)公開日 平成6年(1994)7月5日

技術表示箇所

P 9277-4M

審査請求 未請求 請求項の数7(全 6 頁)

特願平4-353903

平成4年(1992)12月16日

神奈川県平塚市四之宮2612番地

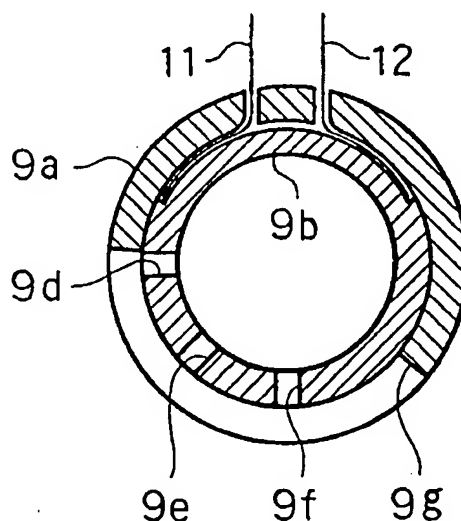
神奈川県平塚市四之宮2612 小松電子金属
株式会社内

(54)【発明の名称】 シリコン単結晶製造装置およびシリコン単結晶の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 シリコン単結晶の引き上げに当たり、酸化珪素、重金属等の粉塵の融液面への落下を防止することによって無転位結晶化を促進するとともに、単結晶インゴットの軸方向の酸素濃度を均一にする。

【構成】 シリコン単結晶の下部を取り巻く環状のガス噴出管を、外筒 9 a、内筒 9 b の二重構造部と、各外筒 9 a を接続する曲管とによって構成する。内筒 9 b にガス噴出孔 9 d、9 e、9 f を設け、外筒 9 a にガス噴出用の切り欠き溝 9 g を設ける。曲管に接続したガス供給管から前記ガス噴出管に導入された不活性ガスは、各ガス噴出孔から単結晶、固液界面、融液面に吹きつけられ、融液および固液界面に落下する不純物を排除する。引き上げ単結晶の成長段階に応じて内筒 9 b を回転させ、ガス噴出方向を調整することにより、融液からの酸化珪素の蒸発量を制御することができ、単結晶の酸素濃度の均一化が可能となる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラスキー法によるシリコン単結晶製造装置において、引き上げ中のシリコン単結晶の下部を取り巻く環状のガス噴出管と、下端が前記ガス噴出管に接続され、上端がチャンバ上部において外部に開口するガス供給管とからなる不活性ガス噴出機構を設け、前記ガス噴出管に、噴出方向が鉛直面内で調整可能な複数のガス噴出孔を備えたことを特徴とするシリコン単結晶製造装置。

【請求項2】 円周上に等ピッチに複数個配設した直管からなる外筒と、前記外筒を互いに接続する曲管または直管と、前記外筒の内周面に沿って自在に回転する直管からなる内筒とによって環状のガス噴出管を構成し、前記内筒に、ガス噴出管の中心に向かって開口する水平方向のガス噴出孔および垂直下向きのガス噴出孔と、これらの二つのガス噴出孔の中間に位置する45°方向のガス噴出孔とを設け、前記外筒に前記ガス噴出孔を露出させる切り欠き溝を設けたことを特徴とする請求項1のシリコン単結晶製造装置。

【請求項3】 環状のガス噴出管の外方に向かって斜め上方向に開口するガス噴出孔を、前記ガス噴出管の曲管または直管に複数個設けたことを特徴とする請求項2のシリコン単結晶製造装置。

【請求項4】 不活性ガス噴出機構がチャンバ内において上下動自在であることを特徴とする請求項1のシリコン単結晶製造装置。

【請求項5】 シリコン単結晶の引き上げに際し、ガス供給管を介してガス噴出管から不活性ガスを前記単結晶の外周、単結晶と融液との固液界面および融液面に吹きつけるとともに、シリコン単結晶の成長に伴って前記各部に吹きつける不活性ガスの噴出方向、または前記噴出方向とガス噴出管に導入する不活性ガスの流量とを変化させることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項6】 単結晶の成長初期においては単結晶からるつぼの内周方向に向かう不活性ガスの流れを強め、成長後期においては単結晶の外周に沿って上方に向かう不活性ガスの流れを強めるようにガス噴出管の不活性ガス噴出方向を制御することを特徴とする請求項5のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項7】 シリコン単結晶の引き上げに際し、環状のガス噴出管の外方に向かって斜め上方向に開口するガス噴出孔から不活性ガスを噴出させることにより、融液面からるつぼ内壁および引き上げ単結晶の外周に沿って上昇する不活性ガスの流れを整流することを特徴とする請求項6のシリコン単結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、チョクラスキー法による半導体単結晶製造装置および製造方法に係り、特に単結晶引き上げ時に不活性ガスを固液界面等に吹きつけ

て単結晶に含まれる酸素濃度を制御するシリコン単結晶製造装置および製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 半導体集積回路素子の基板には主として高純度のシリコン単結晶が用いられているが、このシリコン単結晶の製造方法の一つとして、るつぼ内の原料融液から円柱状の単結晶を引き上げるチョクラスキー法（以下CZ法という）が用いられている。CZ法においては、単結晶製造装置のメインチャンバ内に設置した石英るつぼに高純度の多結晶シリコンを充填し、前記るつぼの外周に設けたヒータによって多結晶シリコンを加熱溶解した上、シードチャックに取り付けた種子結晶を融液に浸漬し、シードチャックおよびるつぼを同方向または逆方向に回転させながら工業的には2mm/分以下のシード移動速度でシードチャックを引き上げてシリコン単結晶を成長させる。このようなシリコン単結晶の引き上げ工程において、融液面から酸化珪素（ SiO_x ： $x=1\sim 2$ ）やアモルファスシリコンが蒸発する。これらの蒸気は水冷式引き上げ炉のアップチャンバ内壁やるつぼの上端で冷却され、粉状もしくは針状に析出し、引き上げ工程中にしばしば融液面に落下して単結晶化を阻害する。また、主として黒鉛のるつぼから発生する重金属蒸気も融液を汚染する。

【0003】 CZ法による単結晶の引き上げにおいて、赤外線を反射し得る金属材料もしくは金属表面を有する材料で構成された輻射スクリーンをるつぼの上方に設置することにより、単結晶化が促進され、引き上げ速度を早めることができるほか、単結晶中の炭素濃度を抑えることが知られている（特公昭57-40119参照）。また、引き上げ単結晶を同軸に囲む耐熱性断熱材表面からなる多層構造の先細管状体を通して単結晶の引き上げを行うことにより、酸化珪素の析出を防止するとともにシリコン融液面およびるつぼ壁面からの輻射熱を遮断し、更に前記先細管状体の内側を流れるアルゴンガスにより単結晶を冷却して引き上げ速度を早めることが知られている（特開昭62-138384参照）。その他、引き上げ単結晶を取り囲む逆円錐形の断熱複層構造の輻射スクリーンをるつぼの上方に設けることにより、シリコン融液面から蒸発した酸化珪素がCZ炉内に析出して融液面に落下するのを防止する特開昭62-138386の提案、石英るつぼ内のシリコン融液上方に設置された円環体と、この円環体の内縁部に載置される透明石英製の円筒体とによって石英るつぼ内から発生する一酸化珪素の上昇を阻止し、速やかに排出する特開平1-160891の提案、雰囲気ガスの流量および流れ方向を一定の減圧度において制御することを特徴とする、単結晶棒軸方向に任意かつ断面内に均一なアンチモン濃度分布をもつシリコン単結晶の製造方法（特開昭61-227986参照）等が知られている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】上記の赤外線を反射し得る輻射スクリーンや断熱複層構造の輻射スクリーンあるいは多層構造の先細管状体をつぼの上方に設置した場合、単結晶化が促進され、引き上げ速度を早めることができるとともに単結晶中の酸素濃度を抑える効果がある。しかしながら、融液面から蒸発する酸化珪素やアモルファスシリコン、あるいは黒鉛のつぼから発生する重金属蒸気を完全に抑えることはできず、アップチャンバの内壁あるいは輻射スクリーンに付着した酸化珪素、アモルファスシリコン、重金属、黒鉛等の粉塵が融液面に落下して単結晶化を阻害する不具合、特に単結晶引き上げの後期において発生しやすい結晶の崩れを防止することもできない。また、従来の単結晶製造装置を用いて製造したシリコン単結晶は、輻射スクリーン使用の有無にかかわらずインゴットの軸方向の酸素濃度のばらつきが大きく、再現性に乏しい。シリコン融液上方に円環体と透明石英製の円筒体とを設置した場合も酸素濃度の均一化には寄与せず、雰囲気ガスの流量および流れ方向を一定の減圧度において制御するシリコン単結晶の製造方法では、単結晶の成長に伴って雰囲気ガスの流量と流れ方向とを微調節することができないので、酸素濃度の均一化に十分に寄与することができない。本発明は上記従来の問題点に着目してなされたもので、前記酸化珪素、重金属等の粉塵の融液面への落下を防止することによって無転位結晶化を促進するとともに、単結晶インゴットの軸方向の酸素濃度を均一にすることができるようシリコン単結晶製造装置および製造方法を提供することを目的としている。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明に係るシリコン単結晶製造装置は、引き上げ中のシリコン単結晶の下部を取り巻く環状のガス噴出管と、下端が前記ガス噴出管に接続され、上端がチャンバ上部において外部に開口するガス供給管とからなる不活性ガス噴出機構を設け、前記ガス噴出管に、噴出方向が鉛直面内で調整可能な複数個のガス噴出孔を備える構成とし、このような構成において、円周上に等ピッチに複数個配設した直管からなる外筒と、前記外筒を互いに接続する曲管または直管と、前記外筒の内周面に沿って自在に回転する直管からなる内筒とによって環状のガス噴出管を構成し、前記内筒に、ガス噴出管の中心に向かって開口する水平方向のガス噴出孔および垂直下向き

の引き上げに際し、ガス供給管を介してガス噴出管から不活性ガスを前記単結晶の外周、単結晶と融液との固液界面および融液面に吹きつけるとともに、シリコン単結晶の成長に伴って前記各部に吹きつける不活性ガスの噴出方向、または前記噴出方向とガス噴出管に導入する不活性ガスの流量とを変化させるものとし、具体的には、単結晶の成長初期においては単結晶からなるつぼの内周方向に向かう不活性ガスの流れを強め、成長後期においては単結晶の外周に沿って上方に向かう不活性ガスの流れを強めるようにガス噴出管の不活性ガス噴出方向を制御することにした。また、シリコン単結晶の引き上げに際し、環状のガス噴出管の外方に向かって斜め上方向に開口するガス噴出孔から不活性ガスを噴出させることにより、融液面からなるつぼ内壁および引き上げ単結晶の外周に沿って上昇する不活性ガスの流れを整流するようにしてもよい。

【0006】

【作用】上記構成によれば、シリコン単結晶の下部を取り巻く環状のガス噴出管の不活性ガス噴出部を外筒、内筒の二重構造とし、内筒を円周方向に回転自在としたので、前記内筒を回転させることによって内筒に設けられた3方向のガス噴出孔の向きを変えることができる。単結晶の引き上げ初期においては、炉内の不活性ガス流はゆるやかである。従って、炉内上方からの酸化珪素あるいは重金属等の粉塵の融液面への落下はあまり考える必要がない。一方、通常のシリコン単結晶において、結晶成長方向の酸素濃度プロファイルは、結晶成長初期には高く、成長後期には低くなる。これらの点から結晶成長初期においては、単結晶からなるつぼの内周方向に向かう不活性ガスの流れが強くなるようにガスの噴出方向を制御することが望ましい。これにより融液からの酸化珪素の蒸発を活性化させ、融液中の酸素濃度を低下させることができる。従って、単結晶中に取り込まれる酸素量は低下する。

【0007】単結晶の引き上げ後期においては、引き上げ単結晶によってチャンバ上部の引き上げ口の開口面積が小さくなるため、不活性ガス流が高速になる。また、析出した酸化珪素の量も多くなるので、前記酸化珪素が固液界面に付着して結晶が崩れやすくなるとともに、単結晶の酸素濃度が低くなる。これらの点から結晶成長後期においては、引き上げ単結晶の外周に沿って上方に向かう流れが強くなるように不活性ガスの噴出方向を制御することが望ましい。これにより単結晶の崩れが少なくなり、酸素濃度プロファイルも均一となる。なお、ガス供給管を介してガス噴出管に導入される不活性ガスの流量を調節することにより、前記ガス噴出孔から吹き出すガスの流量が変化し、融液からの酸素蒸発量を制御することができる。

【0008】また、ガス噴出管の外方に向かって斜め上方向に開口する噴出方向固定のガス噴出孔を前記ガス噴

出管の曲管に複数個設け、単結晶引き上げ時に上記3方向へのガス噴出とともに斜め上方向にも不活性ガスを噴出させることにより、るつぼ内からメインチャンバ底部に向かう不活性ガス流を整流し、酸化珪素等のガス噴出管への付着を防止することができる。更に、不活性ガス噴出機構をチャンバ内において上下動自在とすることにより、原料多結晶の溶解時など必要に応じて前記噴出機構をチャンバ内上方に引き上げ、ガス噴出管との干渉を回避することができる。

【0009】

【実施例】以下に、本発明に係るシリコン単結晶製造装置およびシリコン単結晶の製造方法の実施例について、図面を参照して説明する。図1は、請求項1のシリコン単結晶製造装置の概略構成を模式的に示す断面図である。同図において、1はメインチャンバ、2はアップチャンバで、メインチャンバ1内に設置された黒鉛のつぼ3に石英のつぼ4が嵌着され、この石英のつぼ4内に貯留された融液5からシリコン単結晶6が引き上げられている。7は黒鉛ヒータ、8は断熱筒である。前記シリコン単結晶6の下部をガス噴出管9が同心円状に取り巻き、このガス噴出管9には少なくとも2本のガス供給管10の下端が接続されている。ガス供給管10の上端はアップチャンバ2の上部で外部に開口し、図示しない不活性ガス配管に接続されている。前記ガス供給管10はガス噴出管9に不活性ガスを導入するとともに、ガス噴出管9を所定の位置に釣支する機能を有している。

【0010】図2はガス噴出管の平面図、図3は図2のA-A断面図、図4はガス噴出管の部分斜視図である。前記ガス噴出管9は、円周上に直管からなる外筒9aを等ピッチに複数個配設し、これらの外筒9aの中に直管からなる内筒9bをそれぞれ挿嵌した上、前記外筒9aを曲管9cで接続して環状としたものである。前記内筒9bは外筒9aの内周面に沿って自在に回転することができる。内筒9bには図3に示すように、ガス噴出管9の中心に向かって開口するガス噴出孔9dと、斜め下45°方向に開口するガス噴出孔9eと、下方向に開口するガス噴出孔9fとが穿設されている。また、外筒9aには図3および図4に示すように、前記ガス噴出孔9d、9e、9fを露出させる切り欠き溝9gが設けられ、この切り欠き溝9gの開口角度はほぼ145°である。11、12はガス噴出方向制御ワイヤで、これらのワイヤの一端はそれぞれ内筒9bに固着されている。ワイヤの他端はガス供給管10に沿ってアップチャンバ2の上部で外部に導かれ、図示しない制御装置に接続している。これらのワイヤの一方、たとえば11を緩め、他方のワイヤ12を引っ張ることにより内筒9bを外筒9a内で回転させることができる。なお、ガス供給管10の下端は前記曲管9cの上面に接続されている。本実施例では外筒9aを曲管9cで互いに接続したが、曲管に限るものではなく、直管で接続して多角形

を構成してもよい。

【0011】次に、上記ガス噴出管を備えたシリコン単結晶製造装置によるシリコン単結晶製造方法、特に酸素濃度制御方法について図5を用いて説明する。原料多結晶の溶解からショルダ形成完了までの間はプルチャンバからのみ不活性ガスが導入され、ガス噴出管からの不活性ガス噴出はない。直胴工程に入ったところでガス供給管10を介してガス噴出管9に不活性ガスを導入し、ガス噴出管9からも不活性ガスを噴出させる。シリコン単結晶6の引き上げ初期の段階においては図5(a)に示すように、融液面にほぼ垂直方向およびその両側にほぼ45°方向の3方向に不活性ガスを噴出させる。すなわち、図3において内筒9bを約45°左回転させる。この操作により、不活性ガスは固液界面方向と、融液面にほぼ垂直な方向および石英のつぼ4の内壁側にほぼ45°方向の3方向に吹きつけられる。シリコン単結晶6から石英のつぼ4の内壁側に向かう不活性ガス流を強めることにより、融液5からの酸化珪素の蒸発を活発化させ、融液中の酸素濃度を低下させることができるので、シリコン単結晶6に取り込まれる酸素量も低下する。前記内筒9bの回転角θ1は、シリコン単結晶6の引き上げ長さの増大に伴ってほぼ45°からほぼ15°まで徐々に変化させる。

【0012】シリコン単結晶6の引き上げ中期においては、図3の内筒9bをほぼ15°左回転させた状態を維持する。すなわち、図5(b)に示すようにθ2=15°の不活性ガス吹きつけ角度である。シリコン単結晶6の引き上げ後期においては図5(c)に示すように、内筒9bの回転角θ3をほぼ15°から0°まで徐々に変化させ、固液界面への不活性ガス吹きつけと単結晶に沿って上方に向かう不活性ガス流を強めることによって、酸化珪素の固液界面への付着防止とシリコン単結晶6に取り込まれる酸素量の増加を図る。

【0013】上記製造方法により、直径6インチ、直胴部長さ800mmのシリコン単結晶を製造した。使用した石英のつぼは16インチで、原料多結晶のチャージ量は45kgとし、不活性ガスとしてArガスを用い、アップチャンバ上方から30l/分導入した。炉内圧力を10mbarに保持し、ガス噴出管とシリコン融液との間隔は20mmとした。直胴工程に入ったところで、ガス噴出管から10l/分のArガスを3方向に吹きつけた。シリコン単結晶の引き上げ長さが100mmに達するまでの間は、ガス噴出方向を図5(a)に示した角度、引き上げ長さが100~500mmの間は図5

(b)に示した角度、引き上げ長さが500~800mmの間は図5(c)に示した角度を維持した。このシリコン単結晶の酸素濃度は $1.65 \times 10^{17} \sim 1.55 \times 10^{17} \text{ atoms/cc}$ となり、前記ガス噴出管を用いない従来の単結晶の酸素濃度 $1.75 \times 10^{17} \sim 1.45 \times 10^{17} \text{ atoms/cc}$ と比較して極めて濃度範囲

の狭い均一な単結晶が得られた。

【0014】ガス供給管10を介してガス噴出管9に導入される不活性ガスの流量を調節することにより、ガス噴出孔9d、9e、9fから吹き出す不活性ガスの流量が変化する。特に、融液5の表面に沿って流れる不活性ガスの流量が変化することにより、融液からの酸化珪素の蒸発量が変化する。融液中の酸素濃度を制御することができ、シリコン単結晶中の酸素濃度を間接的に制御することになる。ガス噴出管に導入する不活性ガスの流量とアップチャンバの上方から導入する不活性ガス流量との比率、ガス噴出管に導入する不活性ガス流量の調節量ならびに調節時期は、単結晶製造装置の仕様、単結晶の要求品質等に基づいて個別に定めるものとする。

【0015】図6は、請求項3のシリコン単結晶製造装置におけるガス噴出管近傍の部分断面図である。この単結晶製造装置に用いられるガス噴出管は、図3に示した通り内筒9bに3方向のガス噴出孔9d、9e、9fを設けるとともに、図2に示した曲管9cに、ガス噴出管の外方に向かって開口する斜め上45°方向のガス噴出孔9hを等ピッチで複数個穿設したものである。ガス噴出孔9hの直径はガス噴出孔9d、9e、9fの直径より小さく、ガスの吹き出し方向は固定されている。単結晶引き上げ時、前記ガス噴出孔9hから不活性ガスを吹き出すことにより、石英るつば4の内面およびシリコン単結晶6の外周に沿って上昇した後メインチャンバの底部から排出される不活性ガスの流れを整流し、ガス噴出管の上面に酸化珪素等が付着することを防止する。

【0016】図7は、請求項4のシリコン単結晶製造装置の概略構成を模式的に示す断面図である。同図においてガス供給管10は、アップチャンバ2に図示しない昇降機構を用いて上下動自在に取り付けられ、ガス噴出管9はガス供給管10を介して昇降可能となっている。従って、原料多結晶の充填、溶解時あるいはホットゾーンパーツの清掃、点検時など必要に応じてガス噴出管9を上方に退避させることができる。

【0017】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、シリコン単結晶の下部を取り巻く環状のガス噴出管を設け、このガス噴出管から成長中の単結晶、固液界面、融液の3方向に不活性ガスを吹きつけ、更に、結晶成長の進捗に応じて不活性ガスの噴出方向を調整可能としたの

で、融液からの酸化珪素の蒸発量を制御することができる。また、単結晶の育成で問題点の一つとなっている引き上げ後期の単結晶の崩れを効果的に防止することが可能となる。前記ガス噴出管の外方に向かって斜め上方向に開口する噴出方向固定のガス噴出孔を設けた場合は、るつば内からメインチャンバ底部に向かう不活性ガス流を整流し、酸化珪素等のガス噴出管への付着を防止することができる。このような不活性ガス噴出機構を用いることにより、酸素濃度の均一な高純度のシリコン単結晶の効率的な製造が可能となる。更に、不活性ガス噴出機構をチャンバ内において上下動自在とすることにより、原料多結晶の溶解時など必要に応じて前記噴出機構をチャンバ内上方に引き上げ、ガス噴出管との干渉を回避することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】請求項1のシリコン単結晶製造装置の概略構成を模式的に示す部分断面図である。

【図2】ガス噴出管の平面図である。

【図3】図2のA-A断面図である。

【図4】ガス噴出管の部分斜視図である。

【図5】不活性ガス噴出方向の変化を示す説明図で、

(a)は単結晶引き上げ初期、(b)は引き上げ中期、

(c)は引き上げ後期の状態を示す。

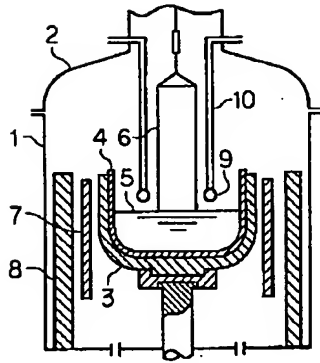
【図6】請求項3のシリコン単結晶製造装置におけるガス噴出管近傍の部分断面図である。

【図7】請求項4のシリコン単結晶製造装置の概略構成を模式的に示す部分断面図である。

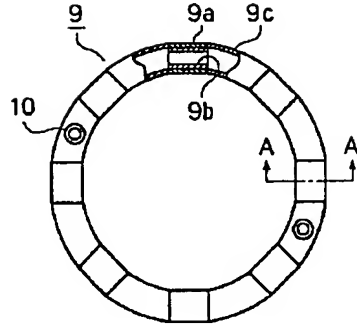
【符号の説明】

- 1 メインチャンバ
- 2 アップチャンバ
- 4 石英るつば
- 5 融液
- 6 シリコン単結晶
- 9 ガス噴出管
- 9a 外筒
- 9b 内筒
- 9c 曲管
- 9d、9e、9f、9h ガス噴出孔
- 9g 切り欠き溝
- 10 ガス供給管

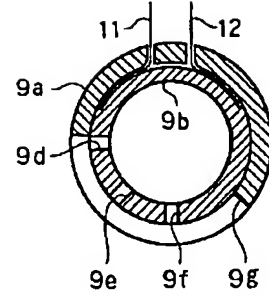
【図1】



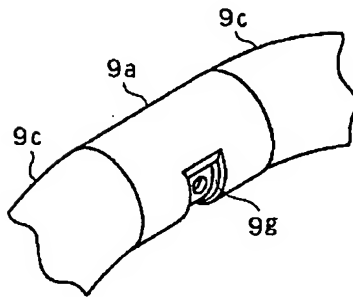
【図2】



【図3】

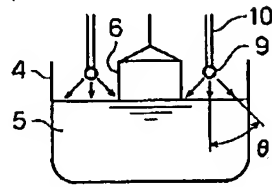


【図4】

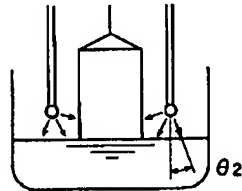


【図5】

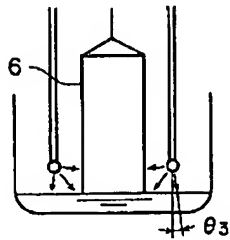
(a)



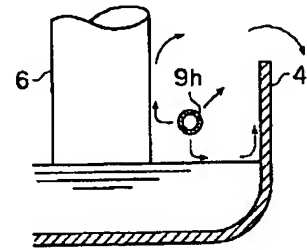
(b)



(c)



【図6】



【図7】

